

09/926400

JC03 Rec'd PCT/PTO 26 OCT 2001

DOCKET NO.: 215335US0XPCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Takanobu SUGO, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP00/02700

INTERNATIONAL FILING DATE: April 25, 2000

FOR: BACTERICIDAL ORGANIC POLYMERIC MATERIAL

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Japan	11/119200	27 April 1999

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. **PCT/JP00/02700**. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423



22850

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 1/97)



PCT/JPCO/02700

25.04.00

ESU

REC'D 09 JUN 2000

WIPO

PCT

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1999年 4月27日

出 願 番 号

Application Number:

平成11年特許願第119200号

出 願 人

Applicant (s):

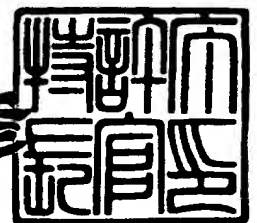
日本原子力研究所  
株式会社荏原製作所

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 5月26日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特2000-3037958

【書類名】 特許願

【整理番号】 990229

【提出日】 平成11年 4月27日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08G

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県高崎市綿貫町 1 2 3 3 番地 日本原子力研究所高崎研究所内

【氏名】 須郷 高信

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢 4 - 2 - 1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 武田 収功

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢 4 - 2 - 1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 藤原 邦夫

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢 4 - 2 - 1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 足立 正

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢 4 - 2 - 1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 河津 秀雄

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢 4 - 2 - 1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 小松 誠

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢4-2-1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 菅野 淳一

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢4-2-1 株式会社荏原総合研究所内

【氏名】 高井 雄

【特許出願人】

【識別番号】 000004097

【氏名又は名称】 日本原子力研究所

【特許出願人】

【識別番号】 000000239

【氏名又は名称】 株式会社荏原製作所

【代理人】

【識別番号】 100089705

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 新大手町ビル206区 ユアサハラ法律特許事務所

【弁理士】

【氏名又は名称】 社本 一夫

【電話番号】 03-3270-6641

【選任した代理人】

【識別番号】 100071124

【弁理士】

【氏名又は名称】 今井 庄亮

【選任した代理人】

【識別番号】 100076691

【弁理士】

【氏名又は名称】 増井 忠次

【選任した代理人】

【識別番号】 100075236

【弁理士】

【氏名又は名称】 栗田 忠彦

【選任した代理人】

【識別番号】 100075270

【弁理士】

【氏名又は名称】 小林 泰

【選任した代理人】

【識別番号】 100102727

【弁理士】

【氏名又は名称】 細川 伸哉

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 051806

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9706383

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 有機高分子殺菌材料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高分子基材の主鎖上に N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を有する有機高分子材料に、三ヨウ化物イオンが担持されていることを特徴とする有機高分子殺菌材料。

【請求項 2】 N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖は、放射線グラフト重合法により高分子基材の主鎖上に導入されたものである請求項 1 に記載の有機高分子殺菌材料。

【請求項 3】 N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位は、N-ビニルピロリドン、1-ビニル-2-ピペリドン、N-ビニル-N-メチルアセタミド、N-ビニル-N-エチルアセタミド、N-ビニル-N-メチルプロピルアミド、N-ビニル-N-エチルプロピルアミド及びこれらの誘導体から選択される 1 種以上の重合性単量体から誘導される請求項 1 又は 2 に記載の有機高分子殺菌材料。

【請求項 4】 高分子基材がポリオレフィン系の有機高分子よりなる請求項 1～3 のいずれかに記載の有機高分子殺菌材料。

【請求項 5】 繊維、繊維の集合体である織布、不織布、及びそれらの加工品、繊維の切断短体、ビーズ、ネット、フィルム、板状部材、バルク状部材から選択される形態を有する請求項 1～4 のいずれかに記載の有機高分子殺菌材料。

【請求項 6】 請求項 1～5 のいずれかに記載の有機高分子殺菌材料からなる殺菌フィルタ。

【請求項 7】 有機高分子基材の主鎖上に、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を導入し、得られた高分子材料に三ヨウ化物イオンを担持させることを特徴とする、有機高分子殺菌材料の製造方法。

【請求項 8】 N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖が、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドを含む重合性単量体を、放射線グラフト重合法を用いて、有機高分子基材の主鎖上にグラフト

重合することによって形成される請求項 7 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、空气中又は液体中の細菌、カビ、バクテリア、ウィルスなどを殺菌することのできる、有機高分子殺菌材料に関する。

【0002】

【従来の技術】

医療の現場で起こる感染症は、しばしば重篤な疾患を起こすことが知られており、その原因は、MRSA、VRSA、VRE等をはじめとする抗生物質耐性菌やカビ、バクテリア、ウィルスなどであるとされている。これらは、所謂、院内感染と言われるが、接触感染の他に、空気等によっても感染する。したがって、手術室、集中治療室のような閉鎖系空間では、室内に取り込む外気又は室内の空気を除菌清浄する必要がある。また、飛行機の客室内のような閉鎖系空間においても、同様の問題がある。従来、このような空気中の除菌には、ヘパフィルタなどが使用されているが、空気圧損が大きく、また、ウィルスなどは通過してしまうので、ウィルス除去は望むべくもなく、除菌清浄に必ずしも優れた方法とはいえない。

【0003】

本発明は、このような問題を解決し、空気又は液体中の細菌、カビ、バクテリア、ウィルスなどを殺菌することのできるフィルター材料を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

ヨウ素が高い殺菌能を有することは良く知られている。例えば、三ヨウ化物イオンを担持したポリビニルピロリドン（ポピドンヨード）の水溶液は、消毒薬やうがい薬として広く用いられている。しかしながら、ポピドンヨードは高い水溶性を示すので、この物質を単にフィルター材料に含浸させただけでは、含浸されたポピドンヨードは、フィルタに被処理液を通すと同時に直ちに全量が放出され



てしまい、殺菌フィルタとしては到底使用に耐えることができない。本発明者らは、この殺菌能の高いヨウ素を利用して上記の目的を達成するフィルター材料を提供すべく鋭意研究を重ねた結果、有機高分子材料の重合体側鎖中に三ヨウ化物イオン ( $I_3^-$ ) を担持し得る官能基を導入し、三ヨウ化物イオンをこの重合体側鎖上に官能基によって担持させることにより、三ヨウ化物イオン中のヨウ素分子を空気又は水媒体中に徐々に放出して殺菌作用を行わしめることができる有機高分子殺菌材料を提供することができることを見出し、本発明を完成するに至ったものである。なお、本明細書において、「殺菌」という用語は、殺菌、殺カビ、殺バクテリア、殺ウィルス等の全てを包含するものとして用いられる。

#### 【0005】

即ち、本発明は、高分子基材の主鎖上に、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を有する有機高分子材料に、三ヨウ化物イオン ( $I_3^-$ ) が担持されていることを特徴とする有機高分子殺菌材料に関する。なお、本明細書において、「三ヨウ化物イオンが担持されている」という表現は、重合体側鎖に三ヨウ化物イオンが対イオンとして付加体を形成していることを意味する。

#### 【0006】

N-アルキル-N-ビニルアルキルアミド、例えばN-ビニルピロリドンがヨウ素と結合することは、上記したように広く知られている。しかしながら、このN-アルキル-N-ビニルアルキルアミド基を樹脂や不織布等の高分子基材などに重合体側鎖の形態で導入し、そこに三ヨウ化物イオンを担持させて殺菌材料を提供するという試みはこれまでなされていない。

#### 【0007】

一般に、有機高分子に官能基を導入してある機能を持たせる場合には、この官能基の導入によって生じる物理的強度の劣化を補うために主鎖同士を架橋している。この代表的なものはイオン交換樹脂である。イオン交換樹脂においては、一般にスチレンモノマーを重合したポリスチレン主鎖に、スルホン基や4級アンモニウム基などのイオン交換基が導入されている。しかしながら、これらのイオン交換基は親水基であり、周辺に水分子を数個配位して嵩張っているために、この

ままでは樹脂の物理的強度が十分でなく、水にも溶解してしまう。イオン交換樹脂においては、この問題を解決するために、ジビニルベンゼンなどの架橋剤を加えてポリスチレン主鎖同士を架橋させている。これによって、樹脂の物理的強度が増し、水への溶解もなくなるが、その反面、架橋構造が形成されることによって、吸着速度や拡散速度等の吸着分離機能が低下するという問題が生じる。この問題は、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドを有機高分子基材の主鎖中に導入する場合にも同様に問題となる。即ち、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドの基を高分子主鎖上に直接導入すると、高分子材料の物理的強度が保持できないが、その場合、物理的強度の保持のために高分子主鎖同士を架橋させると、吸着機能が低下するという相反する問題がある。

## 【0008】

本発明においては、有機高分子基材の高分子主鎖上に、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体鎖の形態の側鎖を配置させることによって、高分子主鎖の物理的強度をそのまま保持しながら、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミド基を基材に導入することが可能なことを見出した。

## 【0009】

本発明に係る有機高分子殺菌材料において、有機高分子基材の主鎖上に、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体鎖の形態の側鎖を導入する手段としては、グラフト重合法を用いることができる。中でも、放射線グラフト重合法は、ポリマー基材に放射線を照射してラジカルを生成させ、それにグラフトモノマーを反応させることによって、所望のグラフト重合体側鎖を基材に導入することのできる方法であり、グラフト鎖の数や長さを比較的自由にコントロールすることができ、また、各種形状の既存の高分子材料に重合体側鎖を導入することができるので、本発明の目的のために用いるのに最適である。

## 【0010】

本発明において、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体鎖の形態の側鎖を導入する基材として用いることができる材料と

しては、高分子素材繊維やその集合体である織布や不織布を用いることができる。織布／不織布基材は、放射線グラフト重合用の基材として好適に用いることができ、また、軽量で加工することが容易なので、殺菌フィルタの材料として好適である。

#### 【0011】

本発明の目的のために好適に用いることのできる放射線グラフト重合法において、用いることのできる放射線としては、 $\alpha$ 線、 $\beta$ 線、 $\gamma$ 線、電子線、紫外線などを挙げることができるが、本発明において用いるのには $\gamma$ 線や電子線が適している。放射線グラフト重合法には、グラフト用基材に予め放射線を照射した後、重合性単量体（グラフトモノマー）と接触させて反応させる前照射グラフト重合法と、基材とモノマーの共存下に放射線を照射する同時照射グラフト重合法とがあるが、いずれの方法も本発明において用いることができる。また、モノマーと基材との接触方法により、モノマー溶液に基材を浸漬させたまま重合を行う液相グラフト重合法、モノマーの蒸気中に基材を接触させて重合を行う気相グラフト重合法、基材をモノマー溶液に浸漬した後、モノマー溶液から取り出して気相中で反応を行わせる含浸気相グラフト重合法などが挙げられるが、いずれの方法も本発明において用いることができる。

#### 【0012】

繊維や繊維の集合体である織布／不織布は本発明の高分子殺菌材料として用いるのに最も適した素材であるが、これはモノマー溶液を保持し易いので、含浸気相グラフト重合法において用いるのに適している。

#### 【0013】

本発明の高分子殺菌材料用の有機高分子基材としては、ポリオレフィン系の有機高分子材料が好ましく用いられる。ポリオレフィン系の有機高分子材料は、放射線に対して崩壊性ではないので、放射線グラフト重合法によってグラフト側鎖を導入する目的に用いるのに適している。更に、本発明の高分子殺菌材料をフィルタ素材として用いる場合には、基材として、繊維、又は繊維の集合体である織布又は不織布、或いはそれらの加工品が好ましく用いられる。

#### 【0014】

本発明においては、有機高分子基材の主鎖上に、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドを含む重合性単量体をグラフト重合することによって、高分子基材の主鎖上にN-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を有する有機高分子材料が製造され、これに三ヨウ化物イオンが担持される。かかる目的の重合性単量体として用いることのできる化合物の具体的な例としては、N-ビニルピロリドン、1-ビニル-2-ピペリドン、N-ビニル-N-メチルアセタミド、N-ビニル-N-エチルアセタミド、N-ビニル-N-メチルプロピルアミド、N-ビニル-N-エチルプロピルアミド、及びこれらの誘導体から選択される1種以上の重合性単量体を挙げるができる。

## 【0015】

本発明に係る有機高分子殺菌材料においては、上記のように、有機高分子基材の主鎖上にN-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖が導入されており、この側鎖上に存在するN-アルキル-N-ビニルアルキルアミド基に三ヨウ化物イオン ( $I_3^-$ ) が担持される。

## 【0016】

三ヨウ化物イオンの担持は、上記で説明したような、高分子基材の主鎖上にN-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を有する有機高分子材料を、三ヨウ化物イオンと接触させることによって行うことができる。高分子材料と三ヨウ化物イオンとの接触方法としては、液相の場合には、例えば、ヨウ素/ヨウ化カリウム水溶液中に高分子材料を浸漬したり、高分子材料で形成したフィルターに上記溶液を通したりすることによって行うことができる。また、ヨウ素/ヨウ化カリウム水溶液に浸漬した高分子材料にヨウ素の蒸気を接触させたり、或いは同様に浸漬した高分子材料をヨウ素粉末上に配置して、ヨウ素粉末から揮散するヨウ素の蒸気を高分子材料と接触させることによって、高分子材料に三ヨウ化物イオンを担持させることができる。

## 【0017】

また、ヨウ素をジクロロメタン、クロロホルム、メタノールなどの有機溶媒に溶解した溶液中に高分子材料を浸漬し、そこにヨウ化水素酸を加えることによって、高分子材料に三ヨウ化物イオンを担持させることができる。

【0018】

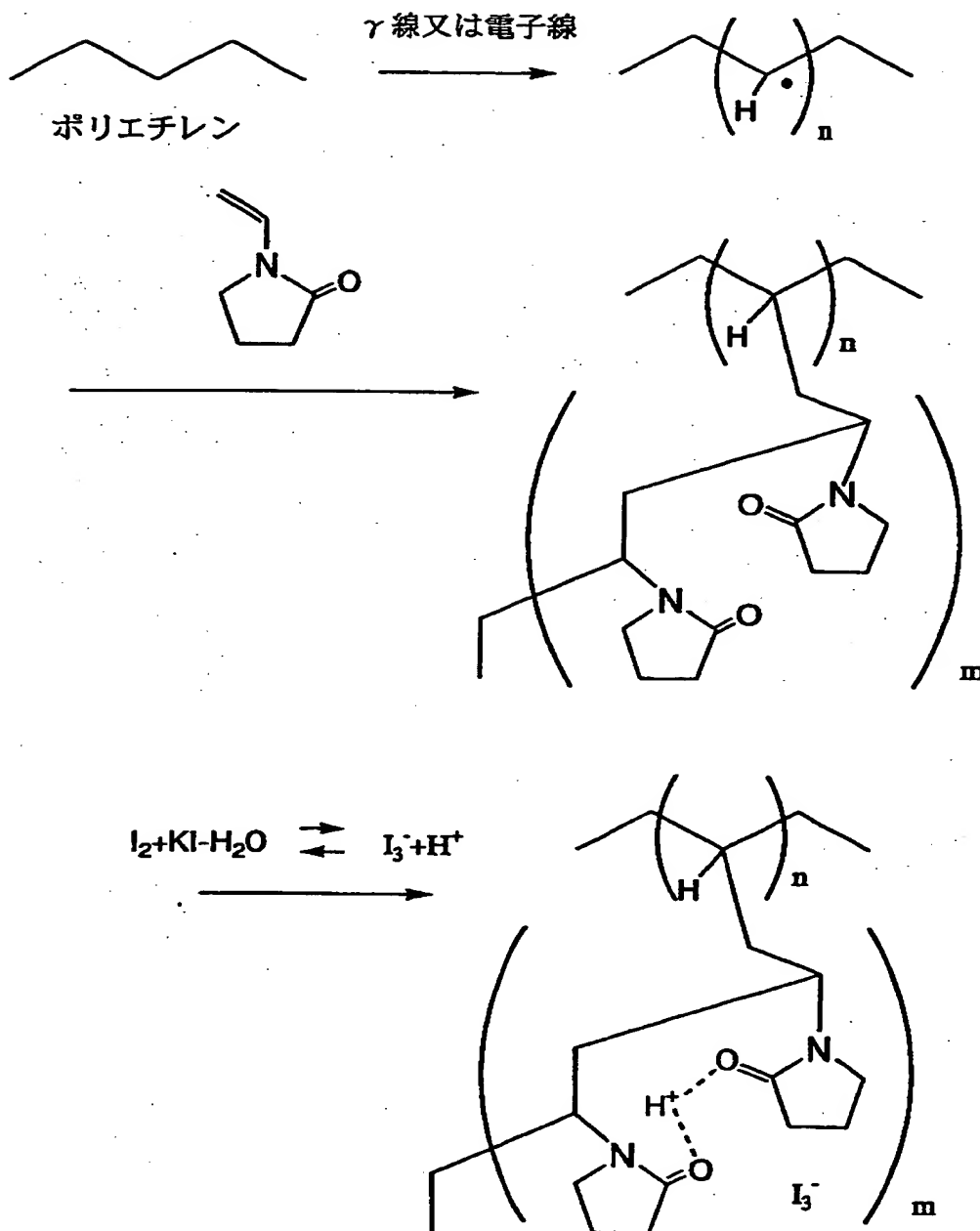
高分子材料に担持させるべき三ヨウ化物イオンの量は、殺菌処理すべき媒体の種類、除去対象となる細菌、バクテリア等の存在量、高分子材料の使用環境、高分子材料の形態などによって変化するが、一般に、高分子材料の単位重量当たりの量として、1～30%程度の範囲が好ましく用いられる。

【0019】

一例として、高分子基材としてポリエチレン不織布を用い、これに、放射線グラフト重合法を用いてN-ビニルピロリドン进行グラフト重合して、N-ビニルピロリドンから誘導される単位を含む重合体側鎖を形成し、これを酸性に調整したヨウ素/ヨウ化カリウム溶液中に浸漬して、本発明に係る高分子殺菌材料を形成する場合の反応を、下記に示す。

【0020】

【化 1】



【0021】

本発明に係る高分子殺菌材料は、高分子基材の主鎖上に存在するN-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖に、三ヨウ化物イオンが担持されているので、これを、例えば液体用フィルタとして用いて、細菌やウイルスなどを含む被処理液体を通過させると、フィルタを通過する際に、フィルタに担持された三ヨウ化物イオンからヨウ素 ( $I_2$ ) が遊離し、これに

よって被処理液体中の細菌やウィルスが殺菌され、更に、担持された三ヨウ化物イオン中のヨウ素が被処理液体中に徐々に溶け出すことによって、被処理液体中の細菌、ウィルス等の更なる殺菌が行われる。担持された三ヨウ化物イオンは、上記の化学式に示されるようにイオン対として担持されているので、徐放性を示し、従って本発明に係る高分子殺菌材料は、長時間高い殺菌能を保持することができる。また、本発明に係る高分子殺菌材料を、気体フィルタとして用いた場合には、担持された三ヨウ化物イオンが揮散して被処理気体中に拡散されることによって、被処理気体の殺菌が行われる。この場合においても、三ヨウ化物イオンは徐放性を示すので、本発明に係る高分子殺菌材料は、長時間高い殺菌能を保持することができる。

#### 【0022】

また、三ヨウ化物イオンを担持した高分子材料は、ヨウ素の持つ色を呈しているが、三ヨウ化物イオンが放出されるに連れてこの色が徐々に薄くなっていく。したがって、高分子殺菌材料の呈する色の濃度によって、残存する三ヨウ化物イオンの担持量、即ち高分子殺菌材料の残存殺菌容量を評価することができる。この現象を利用して、本発明に係る高分子殺菌材料は、その殺菌能を光学的にモニタリングすることができる。モニタリングは、視認によって行ってもよいし、或いは、分光光度計を用いてヨウ素の可視光域の吸収・反射を測定することなどによって行ってもよい。例えば、本発明に係る高分子殺菌材料がヨウ素の色を殆ど呈しなくなったら、殺菌能が消費されたものとして、新たなものに取り替えたり或いは再生することができる。どの程度の色になったら十分な殺菌能が発揮できないかは、殺菌材料に担持される三ヨウ化物イオンの量、殺菌材料の形状や寸法、殺菌材料を適用する被処理液体又は気体の条件等、種々のパラメータに依存して、経験的に定めることができる。

#### 【0023】

本発明に係る高分子殺菌材料から三ヨウ化物イオン中のヨウ素が放出されて、十分な殺菌能を発揮し得なくなったら、高分子殺菌材料に再び三ヨウ化物イオンを担持させることによって、簡便に再生させることができる。再生のための三ヨウ化物イオンの再担持は、高分子殺菌材料の製造におけるプロセスと同様の手法

によって行うことができる。

#### 【0024】

本発明に係る高分子殺菌材料の形状としては、任意の種々の形態のものを採用することができる。例えば、織布／不織布、板状部材、ビーズ状部材、バルク状部材、フィルム、ネットなどの形態で本発明に係る高分子殺菌材料を構成することができる。

#### 【0025】

本発明に係る高分子殺菌材料は、細菌やバクテリア等の存在が問題となる任意の媒体の殺菌処理に用いることができる。例えば、本発明に係る高分子殺菌材料を不織布の形態に形成して、病院空調機用のエアフィルタ、ビニルハウス用のエアフィルタ、安全キャビネット用のフィルタ又は航空機の客室空調用のエアフィルタなどの殺菌・除菌用エアフィルタとして、農業用水、廃液、クーリングタワー水又は下水処理場処理水用の殺菌・殺ウィルス用フィルタとして、養殖場における用水フィルタとして、循環式浴槽用のフィルタとして、或いは絆創膏や医療用のガーゼ又はマスクなどとして用いることができる。また、本発明に係る高分子殺菌材料をシート状のまま、又は繊維の切断短体の形態に形成して、燻蒸処理において土壌中にかぶせたり又は混ぜ込んで用いることができる。

#### 【0026】

##### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明に係る有機高分子殺菌材料は、高分子基材の主鎖上に少なくともN-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を有する高分子材料に、三ヨウ化物イオンが担持されていることを特徴としており、物理的強度が高く、三ヨウ化物イオン中のヨウ素を徐々に放出することができるので、空気や液体用の殺菌材料として、極めて有用である。また、本発明に係る有機高分子殺菌材料は、担持されている三ヨウ化物イオン中のヨウ素が放出されるに連れてその色が薄くなるので、材料の色によってその残留殺菌能をモニタリングすることができる。更に、殺菌能が消費された場合には、再び三ヨウ化物イオンを担持させることによって、極めて簡便に殺菌能を再生させることができる。



## 【0027】

本発明に係る有機高分子殺菌材料は、例えば、病院空調機用のエアフィルタや、農業用水用の殺菌・殺ウィルス用フィルタ又は循環式浴槽用のフィルタとして、或いは養殖場における用水フィルタなどとして、細菌やバクテリアなどの存在が問題となる雰囲気において用いる殺菌材料として極めて有用である。特に、病院において近年問題となっている院内感染を引き起こすMRSA、VRSA、VRE等にも十分対応が可能である。

## 【0028】

以下、本発明を、図面を参照しながら更に詳細に説明する。これらの記載は、本発明を限定するものではない。

## 【0029】

## 【実施例】

## 実施例1：高分子殺菌材料の製造

高分子基材として、繊維径約 $16\mu\text{m}$ のポリエチレン繊維よりなる目付 $56\text{g}/\text{m}^2$ 、厚さ $0.2\text{mm}$ の不織布を用いた。この不織布基材に、ガンマ線を窒素雰囲気中で $150\text{kGy}$ 照射した後、N-ビニルピロリドン溶液に浸漬し、溶液を加温して反応させて、グラフト率 $134\%$ のN-ビニルピロリドングラフト不織布を得た。このグラフト不織布を $15\text{cm}\times 5\text{cm}$ に切断し（重量 $0.1984\text{g}$ ）、純水に十分浸し、軽く水を切った後、 $0.1\text{N}$ ヨウ素/ヨウ化カリウム溶液 $10\text{ml}$ に純水 $190\text{ml}$ を加えた溶液中で、1時間攪拌した。次に、 $1\text{N}$ 塩酸溶液 $20\text{ml}$ 中に10分浸漬した後、水洗し、塩酸浸漬液と洗浄水とを合わせて全液体を $0.1\text{N}-\text{Na}_2\text{SO}_3$ で滴定して、液中に残存するヨウ素量を求め、これにより、不織布材料に吸着されたヨウ素の量を求めた。得られた不織布試料を乾燥して重量を測定した（ $0.2725\text{g}$ ）。三ヨウ化物イオン（ $\text{I}_3^-$ ）の担持量は、 $1.40\text{mmol}$ であった。

## 実施例2：抗菌活性の測定

実施例1で製造された不織布殺菌材料から、直径 $13\text{mm}$ 円形試験片を打ち抜いた。試験供試株として、*Micrococcus luteus* ATCC9341, *Bacillus anthracis*, *Eschericia coli* NIHJを用いた。スラント培地に保存してある上記供試株を、

普通ブイヨン培地で8時間培養した。得られた培養液を一部採取し、更に普通ブイヨン培地で18時間培養した。オートクレーブ滅菌した普通寒天培地7mlをシャーレに分注し、固めたものを用意した。普通ブイヨン培地に0.8%の寒天を加えてオートクレーブ滅菌し、50℃程度に冷却した培地7mlに、上記で培養した供試菌株を $5 \times 10^6$ 個/ml程度になるように混ぜ、上記の普通寒天培地上に均一に広げて固めて平板を作成し、その上に試験片を載せて軽く密着させた。比較試料として、ポリエチレン不織布を試験片と同じ大きさに切断したもの、ポリビニルピロリドン/ヨウ素（ポピドンヨード）溶液をポリエチレン不織布に含浸させたもの、及びヨウ化カリウム水溶液（0.05mmol/l）をポリエチレン不織布に含浸させたものを用いて、同様に、作成された平板上に載せて軽く密着させた。また、菌株の増殖確認のために、何も載せない平板も用意した。

#### 【0030】

作成された平板試料を、37℃に維持されたインキュベータに入れて、24時間培養した。試験片の周りに形成される増殖阻止円の直径L（mm）を測定した。次式より、阻止円幅を算出した。

#### 【0031】

##### 【式1】

$$W = (L - T) / 2$$

〔W=阻止円幅；L=阻止円直径（mm）；T=試験片直径（mm）〕

#### 【0032】

試験は、同じ試験供試菌株に対して3回行い、阻止円幅はその平均値を用いた。本発明に係る殺菌材料に関する試験結果を表1に、比較試料に関する試験結果を表2に示す。なお、試験の概略を図1に示す。

#### 【0033】

表1より、試験供試菌株のそれぞれについて、本発明に係る殺菌材料は、良好な抗菌活性を示すことが確認された。また、効果確認後もヨウ素の色は残っており、24時間の試験時間では、ヨウ素は完全には放出されず、繰り返し利用する

ことが可能であることが分かった。ポリエチレン不織布の比較試料においては、阻止円は現出しなかった。また、ポピドンヨード溶液をポリエチレン不織布に含浸させたもの、及びヨウ化カリウム水溶液（0.05 mmol/l）をポリエチレン不織布に含浸させたものについては、抗菌活性は見られたものの、ヨウ素の色は完全に抜け落ちており、繰り返し使用することはできなかった。なお、これらについては、阻止円の幅が本発明のものと比べて極めて小さかったが、これは、含浸されているヨウ素が極めて短時間で放出され、24時間の試験時間内に揮散・消失してしまうためであると考えられる。

### 実施例 3：抗真菌活性の測定

試験供試株として、*Candida albicans* 3143を用いた。スラント培地に保存し、ある上記供試株を、酵母用完全培地で8時間培養した。得られた培養液を一部採取し、更に酵母用完全培地で18時間培養した。オートクレーブ滅菌した酵母用完全培地 7 ml をシャーレに分注し、固めたものを用意した。酵母用完全培地に 0.8% の寒天を加えてオートクレーブ滅菌し、50℃程度に冷却した培地 7 ml に、上記で培養した供試菌株を  $5 \times 10^6$  個/ml 程度になるように混ぜ、上記の培地上に均一に広げて固めて平板を作成し、その上に試験片を載せて軽く密着させた。比較試料として、ポリエチレン不織布を試験片と同じ大きさに切断したものをを用いて、同様に、作成された平板上に載せて軽く密着させた。また、菌株の増殖確認のために、何も載せない平板も用意した。実施例 2 と同様にインキュベータ内で 24 時間培養し、増殖阻止円の幅を算出した。結果を表 1 に示す。

#### 【0034】

表 1 より、本発明に係る殺菌材料は、良好な抗真菌活性を示すことが確認された。また、効果確認後もヨウ素の色は残っており、24時間の試験時間では、三ヨウ化物イオンは完全には放出されず、繰り返し利用することが可能であることが分かった。ポリエチレン不織布を用いたもの及び何も載せなかったもの（比較試料）については、阻止円は現出しなかった。

#### 【0035】

【表 1】

表 1：抗菌活性の実験結果

菌株名	抗菌活性			抗真菌活性
	Micrococcus luteus ATCC 9341	Bacillus anthracis	E. coli NIHJ	Candida albicans
菌濃度(個/ml)	$5.0 \times 10^6$	$5.0 \times 10^6$	$5.0 \times 10^6$	$5.0 \times 10^6$
阻止円幅(mm)	$14.8 \pm 0.3$	$18.0 \pm 3.1$	$12.8 \pm 1.8$	$3.7 \pm 0.5$
備考	試験片直径 = 13mm			

【0036】

【表 2】

表 2：比較試料の試験結果

素材名	抗菌活性		
	ポリエチレン	ポリエチレン+ ポビドンヨード湿潤	ポリエチレン+ヨウ素溶液 (0.05mmol/l)湿潤
菌濃度(個/ml)	$5.0 \times 10^6$	$5.0 \times 10^6$	$5.0 \times 10^6$
阻止円幅(mm)	0	$0.92 \pm 0.14$	$1.58 \pm 0.52$
備考	試験片直径 = 13mm; 試験株 = Micrococcus luteus ATCC9341		

【図面の簡単な説明】

【図 1】

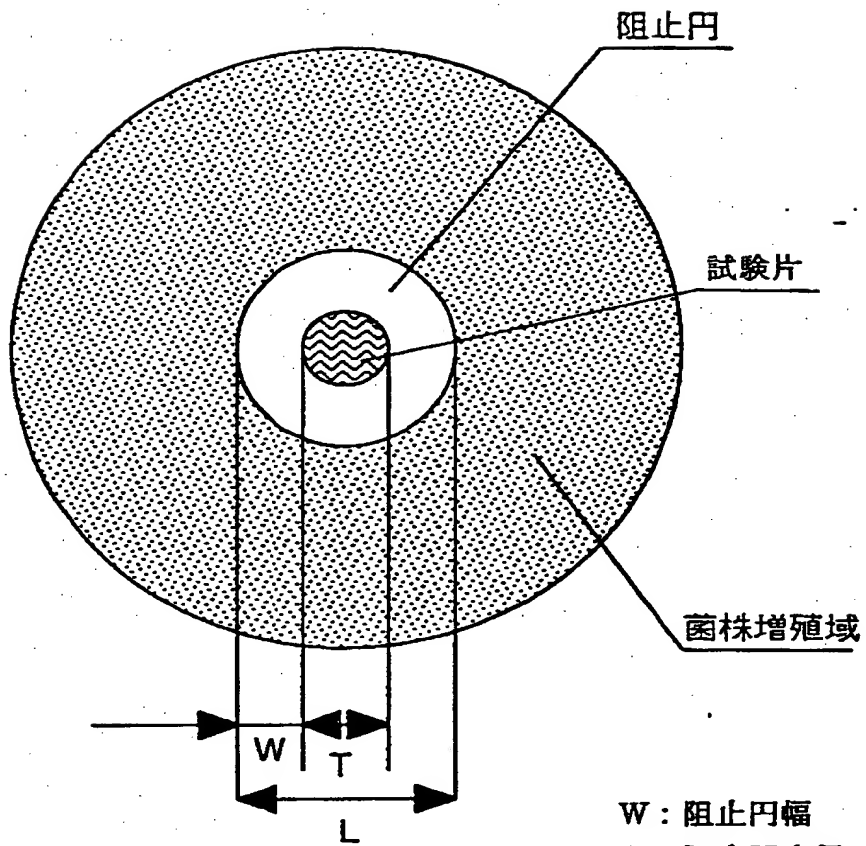
図 1 は、本発明の実施例における抗菌活性試験の概略を示す図である。

【書類名】

図面

【図 1】

平板



W : 阻止円幅  
L : 阻止円直径  
T : 試験片直径

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 空気中や液体中の細菌、バクテリア、カビ、ウイルスなどを殺菌処理することのできるフィルタの素材を提供する。

【解決手段】 本発明は、高分子基材の主鎖上に、N-アルキル-N-ビニルアルキルアミドから誘導される単位を含む重合体側鎖を有する有機高分子材料に、三ヨウ化物イオンが担持されていることを特徴とする有機高分子殺菌材料に関する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000004097]

1. 変更年月日 1990年 8月16日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区内幸町2丁目2番2号

氏 名 日本原子力研究所

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000239]

1. 変更年月日 1990年 8月31日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都大田区羽田旭町11番1号

氏 名 株式会社荏原製作所